

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-299774

(43)Date of publication of application : 25.11.1997

)Int.Cl.

B01F 3/12  
B01F 5/06  
B01J 13/00  
C01G 9/02  
C01G 23/04

)Application number : 08-155936

(71)Applicant : JINNASU:KK

)Date of filing : 13.05.1996

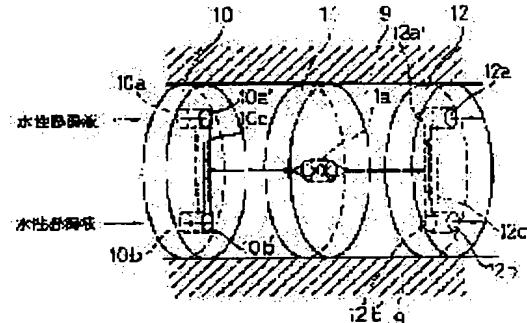
(72)Inventor : HASEGAWA KAZUTOSHI  
TODA TOKU

## ) PRODUCTION OF AQUEOUS FINE PARTICLE DISPERSING BODY

## )Abstract:

OBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of producing an aqueous fine particle dispersing body in which particle diameters of zinc oxide and/or titanium oxide are fine and uniform.

OLUTION: At least three blocks in which through-holes 10a, 10b, 11a, 11b, 12a through which an aqueous suspension of zinc oxide and/or titanium oxide is passed are made are arranged substantially in close contact with each other so that the through hole directions may be along the flow direction of the suspension, and also at least two through holes, one through hole, and at least two holes are made in a block 10 on the suspension introducing side, in an intermediate block 11, and in a block 12 on the suspension discharge side, respectively, and on one surface of the opposite surfaces of the block 10 on the introducing side and the intermediate block 11, and on one surface of the opposite surfaces of the intermediate block 11 and the block 12 on the discharge side, grooved holes 10c, 12c are provided in the direction orthogonal to the flow direction of the suspension to make the through-holes in the adjacent blocks communicate with each other. By using a atomizing device thus constituted, a highly dispersing body of zinc oxide and/or titanium oxide is obtained.



## GAL STATUS

ate of request for examination]

ate of sending the examiner's decision of rejection]

nd of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

ate of final disposal for application]

atent number]

ate of registration]

umber of appeal against examiner's decision of rejection]

## NOTICES \*

in Patent Office is not responsible for any  
ages caused by the use of this translation.

This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

\*\* shows the word which can not be translated.

In the drawings, any words are not translated.

## AIMS

aim(s)]

aim 1] It is the approach of manufacturing the aquosity particle dispersing element of a zinc oxide and/or titanium oxide by having a through tube along the passage of a fluid, introducing the aqueous suspension of a zinc oxide and/or titanium oxide into three blocks arranged by sticking substantially, and making it colliding at high speed. It considers as aquosity dispersing element of a zinc oxide and/or titanium oxide by changing into counterflow said aqueous suspension introduced from said through tube of a fluid installation side block, and making it collide with it. By changing the flow in said direction of passage, maintaining the turbulent flow of said aquosity dispersing element in said through tube of an intermediate block, and making said aquosity dispersing element which passed said intermediate block to the discharge side block collide. The process of the aquosity particle dispersing element which considers as the aquosity particle dispersing element of a zinc oxide and/or titanium oxide, and is characterized by changing in the direction which intersects perpendicularly the flow of this aquosity particle dispersing element with said passage by said discharge side block, and making it discharge from said through tube.

aim 2] the aqueous suspension concentration of a zinc oxide and/or titanium oxide -- 15% -- super- -- the process according to claim 1 which is 60% or less.

aim 3] The process according to claim 1 or 2 which adds a metaphosphate and/or a polycarboxylic acid mold giant-molecule activator 0.1 to 5.0% to a zinc oxide and/or titanium oxide as a dispersant.

aim 4] While carrying out adhesion arrangement of the block which formed the through tube which can pass a fluid in atomizing unit for manufacturing said aquosity particle dispersing element substantially so that at least three holes and the penetration direction may meet the flow direction of said fluid. At least two of said through tube are formed in a fluid installation side block, respectively. moreover, in one in the opposed face of said installation side block and said intermediate block, and the opposed face of said intermediate block and said discharge side block of front faces. The process according to claim 1 to 3 which forms the groove path of the direction which intersects perpendicularly with the flow direction of said fluid, and uses said atomizing unit constituted so that the through tube of an adjoining block might be made to open for free passage through this groove path.

anslation done.]

## NOTICES \*

an Patent Office is not responsible for any  
ages caused by the use of this translation.

This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

\*\* shows the word which can not be translated.  
the drawings, any words are not translated.

## TAILED DESCRIPTION

## tailed Description of the Invention]

01]

[d of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of the aquosity particle dispersing element of zinc oxide and/or titanium oxide. This aquosity particle dispersing element is useful as the various raw materials and cursor of all industrial fields with which it is used in the field of physic, cosmetics, plastics, rubber, coating ink, and var, and zinc oxides, such as the ultraviolet-rays inhibitor of transparency or a translucency, deodorization, antibacterial, mildewproofing, fire retardancy, an object for latexes and a vulcanization accelerator for transparent dispersers, and a photoconductive agent, and titanium oxide are used. Moreover, these are useful to addition of the lanthanum oxide and an oxidization praseodymium etc., a zinc oxide, and/or the addition of the third further matter, for example, the zinc oxide of varistor component creation time, other than titanium oxide.

02]

[scription of the Prior Art] When obtaining the dispersing element to the aqueous phase of a zinc oxide and/or titanium oxide conventionally, various dispersers, such as churning mold dispersers, such as media medium mold dispersers, such as a bead mill, a ball mill, attritor, a paint shaker, and a sand mill, a colloid mill, and a high speed DISU disperser, and an ultrasonic disperser, are used.

03] Moreover, the equipment (emulsification equipment indicated by JP,2-261525,A) which emulsifies by making same part carry out an injection collision is known from the equipment (invention indicated in the U.S. Pat. No. 3254 official report) which makes two or more liquids collide mutually, and makes them emulsify as an atomizing unit which makes suspension collide with extra-high voltage, or two or more nozzles, and the distributed approach of using these atomizing units was also learned.

04]

[scription of the Prior Art] When it is going to obtain the dispersing element to the aqueous phase of a zinc oxide and/or titanium oxide using a churning mold disperser, These particle fine particles have high surface energy, and it is difficult to condense strongly, to distribute to the diameter of a primary particle, or the particle diameter near the diameter of a primary particle, and to manufacture the dispersing element of a uniform particle. Although until it is possible to some extent if secondary floc is distributed and even power and time amount will not be minded, crushing of article with extremely remarkable secondary coherent one or the sintered particle is difficult. Moreover, it foams depending on a dispersant and its selection, and difficulty is caused to removal of the bubble.

05] Moreover, when it was going to obtain a high-concentration dispersing element, the yield of the high-concentration dispersing element thickened and obtained at a distributed process was low, and the target dispersing element was not just obtained, either and it was not economical, either.

06] In the case where a media medium mold disperser is used, if the problem of energy cost is not considered, though the dispersing element near the diameter of a primary particle is obtained, it has a difficulty in mixing of the particle quality of the material, and continuation-izing of equipment comparatively. Moreover, the so-called chanochemical change which distortion generates even inside the front face of a dispersoid and a crystal by operation for a long duration was discovered, and the property of a dispersoid and change of a function were not avoided.

07] Moreover, although the dispersing element distributed comparatively finely could be obtained in a short time when the atomizing unit made to collide with the conventional suspension with extra-high voltage, for example, the emulsification equipment indicated by invention indicated in the U.S. Pat. No. 4533254 official report and JP,2-261525,A, was used, and suspension was low concentration, when suspension was high concentration, energy required for distribution was high, and a dispersing element was not able to be manufactured efficiently. Moreover, when a dispersing element was manufactured for a long period of time using these equipments, and wear of the groove path

re mixed liquor collides by the maximum rate of flow was remarkable and used it continuously, the fall of  
versibility ability was not avoided.

08] Although it distributed to a primary particle or near the primary particle and the uniform dispersing element was  
spensable when it was going to demonstrate a transparency ultraviolet-rays shielding effect and the antibacterial  
dorization effectiveness using the zinc oxide of a particle, and the dispersing element of titanium oxide especially,  
e the floc of a zinc oxide and titanium oxide existed when the conventional disperser was used, the target function  
ld not fully demonstrate, but it distributes to a primary particle or near the primary particle by high concentration,  
the uniform dispersing element was needed.

09] [oblem(s) to be Solved by the Invention] This invention aims at offer of the approach that it distributes to the diameter  
primary particle, or the particle diameter near the diameter of a primary particle, and a uniform particle dispersing  
ment can be manufactured stably, in the manufacture approach of the zinc oxide of a drainage system, and/or the  
persing element of titanium oxide.

10] [eans for Solving the Problem] The process of the aquosity particle dispersing element of this invention has a through  
e along the passage of a fluid. It is the approach of manufacturing the aquosity particle dispersing element of a zinc  
de and/or titanium oxide by introducing the aqueous suspension of a zinc oxide and/or titanium oxide into three  
cks arranged by sticking substantially, and making it colliding at high speed. It considers as the aquosity dispersing  
ment of a zinc oxide and/or titanium oxide by changing into counterflow said aqueous suspension introduced from  
l through tube of a fluid installation side block, and making it collide with it. By changing the flow in said direction  
assage, maintaining the turbulent flow of said aquosity dispersing element in said through tube of an intermediate  
ck, and making said aquosity dispersing element which passed said intermediate block to the discharge side block  
ide It considers as the aquosity particle dispersing element of a zinc oxide and/or titanium oxide, and the description  
n the place which changes in the direction which intersects perpendicularly the flow of this aquosity particle  
persing element with said passage by said discharge side block, and is made to discharge from said through tube.

11] the above -- setting -- the desirable aqueous suspension (dispersing element) concentration of a zinc oxide and/or  
nium oxide -- 15% -- super- -- it is 30% thru/or 60% of range more practical 60% or less. Moreover, especially when  
nufacturing a high-concentration aquosity particle dispersing element, it is desirable to add a metaphosphate and/or a  
carboxylic acid mold giant-molecule activator 0.1 to 5.0% to a zinc oxide and/or titanium oxide as a dispersant.

12] As a desirable atomizing unit for manufacturing said aquosity particle dispersing element While carrying out  
esion arrangement of the block in which the through tube which can pass a fluid was formed, substantially so that at  
st three pieces and the penetration direction may meet the flow direction of said fluid At least two of said through  
e are formed in a fluid installation side block, respectively. moreover, in one in the opposed face of said installation  
e block and said intermediate block, and the opposed face of said intermediate block and said discharge side block of  
ck front faces The groove path of the direction which intersects perpendicularly with the flow direction of said fluid  
ormed, and said atomizing unit constituted so that the through tube of each adjoining block might be made to open  
free passage through this groove path is raised.

13] [nbodiment of the Invention] The process of this invention offers the approach of manufacturing the aquosity particle  
persing element which a zinc oxide and/or titanium oxide distributed to detailed homogeneity in the state of the  
nary particle, from the aqueous suspension of a zinc oxide and/or titanium oxide.

14] As a desirable zinc oxide used by this invention, the thing of 10-60m<sup>2</sup>/g (measured value by the simple BET  
orption method) is used for the specific surface area of a primary particle. Moreover, even if specific surface area  
s the zinc oxide of under 10m<sup>2</sup>/g, a uniform dispersing element can be manufactured. Moreover, as desirable  
nium oxide, the thing of 20-90m<sup>2</sup>/g (measured value by the simple BET adsorption method) is used for the specific  
face area of a primary particle. Moreover, even if specific surface area uses the titanium oxide of under 20m<sup>2</sup>/g, a  
form dispersing element can be manufactured. It is also possible to use these independently or to use together, and  
ecially the mixed ratio in the case of using together is not limited.

15] the United States by which the zinc oxide used here is usually got industrially -- the conductive zinc oxide which  
ed metals, such as what gave other functionality to zinc oxides, such as zinc carbonate, for example, a transparency  
c white, obtained by the zinc oxide and wet method by law and the French method, an active white, and zinc  
tioxide, for example, aluminum etc., is used. Moreover, the conductive titanium oxide which made the tin oxide  
ich doped antimony adhere to the titanium oxide and the titanium oxide front face which are usually industrially used  
a coating, ink, etc. in titanium oxide is used.

16] the desirable aquosity dispersoid concentration of a zinc oxide and/or titanium oxide -- 15% -- super- -- although 60% or less, the description of this invention is demonstrated further -- 30% -- super- -- it is 60% or less, and even if such high-concentration aquosity dispersion liquid according to the approach of this invention, the uniform aquosity particle dispersing element by which a zinc oxide and/or titanium oxide were distributed to the diameter of a primary particle or the particle diameter near the diameter of a primary particle can be obtained.

17] In addition, when manufacturing a high-concentration aquosity particle dispersing element, it is desirable to use dispersant together, and if mineral matter is carried out, as a dispersant used, a polycarboxylic acid mold macromolecule activator is raised as a metaphosphate and an organic substance. Although what is necessary is just to these dispersants properly according to the purpose to be used, they can also mix and use these depending on the e.

18] Even if the desirable concentration of the dispersant used for this invention is 0.1 to 5.0% of within the limits, it does not have the effectiveness of a dispersant at less than 0.1% and it adds it more than it exceeding 5.0% to a dispersoid, a distributed facilitatory effect is not acquired but may cause agglutination depending on the case.

19] As a metaphosphate used as a dispersant here, although hexametaphosphoric acid sodium, sodium taphosphate, potassium metaphosphate, etc. are raised, metaphosphates other than the above may be used.

20] moreover, as a macromolecule activator of the polycarboxylic acid mold used as a dispersant here A \*\* olefin leate copolymer and acrylic-acid-acrylic ester system polycarboxylic acid polymer, acrylic-acid-acrylic ester system al polymers, etc. are the macromolecule activators which, in short, have a carboxyl group or its salt in a molecule. the example, "DEMORU EP", "a poise 520", "a poise 521", "A poise 530", "HOMOGE Norian L-18", "HOMOGE rian L-1820", "HOMOGE Norian L-95", "HOMOGE Norian L-95", "HOMOGE Norian L-100" (above Kao make); "poly tee A-300", "The poly tee A-530", "poly tee A-550" (above LION make); "Shallol AN-103P", "Shallol AN-1P", "Shallol AN-144P", "Shallol AH-103P", "Shallol AH-403P", "Shallol AH-144P", "De Dis coat N-14" (above -Ichi Kogyo Seiyaku make); "DisrolH12" (above product made from Japanese emulsifier); "KYARIBONB", YARIBON L-400", "elemi Norian MBN-1", "SANSU pearl PS-2", "SANSU pearl PS-8", "SANSU pearl PDN-173", "SANSU pearl PC-3" (above Mitsuhiro formation make); "TOHO CT", Commercial items, such as "neo-scope T-30", "TOHO No2A", the "DIBU rosin A-100", the "DIBU rosin K-25", and the "DIBU rosin N-20" (above Toho emical Industry make), are raised.

21] Next, the desirable atomizing unit used by this invention is explained. While the atomizing unit used by this ention carries out adhesion arrangement of the block in which the through tube which can pass a fluid was formed, stantly so that at least three pieces and the penetration direction may meet a flow direction A through tube to a d installation side block at at least 2 and an intermediate block One At least two are formed in a fluid discharge side ck, respectively. Moreover, the opposed face of an installation side block and an intermediate block, And it stitutes so that the groove path of the direction which intersects perpendicularly with the flow direction of a fluid y be formed in one in the opposed face of an intermediate block and a discharge side block of block front faces and through tube of each adjoining block may be made to open for free passage through this groove path.

22] In the above-mentioned atomizing unit, when making into A3 the cross-sectional area of the groove path formed oss-sectional area / of the groove path formed in either of the opposed faces of an installation side block and an intermediate block ] in either of the opposed faces of A2, an intermediate block, and a discharge side block in the cross- tional area of the through tube of A1 and an intermediate block, it is desirable that the relation of each cross-sectional a is A1<A2<A3, and, as for the cross-section configuration of a groove path, it is desirable to constitute from a mfer or a U-shaped gutter.

23] Moreover, each above-mentioned block can consist of abrasion resistance members, such as ceramics, cemented bide, and a diamond. Moreover, in order to make a fluid collide by ultra high-speed, it is desirable to pressurize the ieous suspension (only henceforth suspension) of the zinc oxide introduced into this atomizing unit and/or titanium de at 100 - 3000 kgf/cm<sup>2</sup> using high pressure pumping.

24] Moreover, although the through tube in the above-mentioned installation side and a discharge side block should t be formed in at least two blocks, it may be more than it. In addition, when forming a through tube on [ two ] a icentric circle, it is desirable to make it open for free passage at the groove path which extends in a radial from the e of a block.

25] This atomizing unit introduces suspension into three blocks by which have a through tube along the passage of high-distributed suspension, and adhesion arrangement was carried out substantially. Are the atomizing unit which forms high decentralization by making it collide at high speed, and change into counterflow the suspension oduced from the through tube of a suspension installation side block, and it is made to collide with it. It is the mizing unit which changes the flow in the direction of passage, maintaining the turbulent flow of the liquefied

sension which collided in the through tube of an intermediate block, changes the flow of the suspension which sed the intermediate block with a discharge side block in the direction which intersects perpendicularly with passage, is made to discharge from a through tube.

26] The suspension guided into the groove path formed in either of the opposed faces of an installation side block an intermediate block by using this atomizing unit While being accelerated, become counterflow, and collide, and nization is performed where pressure variation, an impulse wave, etc. are compounded. While showing around mptly at the through tube of an intermediate block, the distributed operation is maintained. By being changed in the ction in which it collides with the groove path furthermore formed in either of the opposed faces of an intermediate ck and a discharge side block, and passage and the flow cross at right angles, atomization is performed again and an osity particle dispersing element is obtained.

27] Hereafter, the atomizing unit shown in the drawing is explained to a detail. Drawing 1 shows the outline figuration of the atomizing unit used by this invention, and a atomization system including the circumference lity, and the configuration feeds aqueous suspension to an atomizing unit using high pressure pumping, and forms distribution or pulverizing of a suspension-like zinc oxide and/or titanium oxide within the atomizing unit. eafter, the configuration of each part is explained.

28] In this drawing, aqueous suspension is supplied to inhalation opening of high pressure pumping 7. It introduces an atomizing unit 8, after pressurizing 1000 - 3000 kgf/cm<sup>2</sup> with high pressure pumping 7 and forming a ultra high-speed style.

29] Along passage, in series, the disc-like disk 10 as an aqueous suspension installation side block, the disc-like disk as an intermediate block, and the disc-like disk 12 as a suspension discharge side block are stuck in a cylindrical cup in order of [ above-mentioned ] a publication, respectively, and an atomizing unit 8 arranges them, as shown in wing 2 . Moreover, in the following explanation, a front face and the field of the downstream are called a rear face the field of the upstream in each disk.

30] The above-mentioned disk 10 consists of wear-proof members, such as ceramics which consists of 3mm in the meter of 10mm, and thickness as shown in drawing 3 , cemented carbide, and a diamond. The introductory through es 10a and 10b with a diameter of 0.5mm are formed in this disk 10 two on a concentric circle. Outlet section 10a' 10b' of an introductory through tube in this disk 10 rear face are opened for free passage by groove installation path which consists of width of face passing through the core of a disk 10 of 0.12mm, and a depth of 0.05mm (refer to wing 2 ).

31] As the disk 10 of such a configuration groove installation path 10c Covers, adhesion arrangement of the disk 11 arried out. Thereby, it is accelerated, while colliding with the front face of a disk 11 and changing the flow towards core of a disk 10 compulsorily, and counterflow generates the suspension which passed each introductory through es 10a and 10b.

32] A disk 11 turns into the above-mentioned disk 10 from the diameter of said, the same thickness, and the same lity of the material, and as shown in drawing 4 , middle through tube 11a which becomes a part for the core from the meter of 0.138mm is formed.

33] A disk 12 turns into the above-mentioned disk 10 from the diameter of said, the same thickness, and the same lity of the material, and as shown in drawing 5 , the discharge through tubes 12a and 12b with a diameter of 0.6mm formed in two on a concentric circle. Inlet-port section 12a' and 12b' of a discharge penetration division of disk 12 nt face are opened for free passage by groove sending-out path 12c which consists of width of face passing through core of a disk 12 of 0.13mm, and a depth of 0.06mm. In addition, it is A3<A2<A1, when setting the cross section of above-mentioned Mizogami installation path 10c to A1, setting the cross section of middle through tube 11a to A2 l making the cross section of groove sending-out path 12c into A3. In addition, groove installation (sending out) path : (12c) is good to perform R processing or chamfer processing so that it may be shown in drawing 6 (a) and (b), and nake wear by installation (sending out) of a high-speed fluid into the configuration which can be suppressed as much possible.

34] Therefore, it will collide, while it receives differential pressure, whenever the aqueous suspension which passes h disk passes a disk, and atomization will be performed. Moreover, if the path of middle through tube 11a currently med in the disk 11 is adjusted, the inside of groove installation path 10c in a disk 10 can be set as the value of a uest of the flowing rate of flow.

35] Next, actuation of this invention using the atomizing unit which has the above-mentioned configuration is slained. If the aqueous suspension which was pressurized by high pressure pumping 7 and made into ultra high-speed sension is introduced into an atomizing unit 8, after will flow within the cylinder top container 9, flowing with A it, branching to B, passing the introductory through tubes 10a and 10b and colliding with disk 11 front face, it is

elerated while a direction is compulsorily changed towards the core of a disk 10, and the inside of groove installation 110c is flowed, and it becomes counterflow.

36] A part of collision energy is opened wide, and the aqueous suspension which collided according to counterflow less the wear generated in a part for the groove installation path core of a disk 10 mitigate by subsequently to middle through tube 11a of a disk 11 showing around. this time -- a collision -- as for the produced turbulent flow, that dition is maintained.

37] Further, colliding with the front face of a disk 12, flow is changed towards the periphery of that disk 12, nization is performed again, and the aqueous suspension which passed this middle through tube 11a passes each charge through tubes 12a and 12b, and is discharged.

38] ample] In the following experiment, it experimented on condition that the following using the atomizing unit of the owing configuration. configuration [ of a concrete configuration installation side block of an atomizing unit ]: -- figuration [ of 3mm middle side block in diameter / of 10mm / x thickness ]: -- configuration [ of 3mm discharge e block in diameter / of 10mm / x thickness ]: -- \*\*\*\*: of 3mm installation side block in diameter [ of 10mm ] x thickness -- 0.12mm aperture [ of a chamfer middle with a depth of 0.05mm side block ]: -- \*\*\*\*: of 0.138mm charge side block -- it is feeding by the pressure of 1000 - 3000 kgf/cm<sup>2</sup> using 0.13mm and chamfer operating dition high pressure pumping with a depth of 0.06mm -- for a comparison As an atomizing unit made to collide with conventional suspension with extra-high voltage, the equipment by the nano mizer company "LA-33", The same eriment was conducted as a media mold disperser, using "homogenizer AM-7" (NIPPON SEIKI CO., LTD. make) "paint shaker" (Product made from an Oriental energy machine), and a churning mold disperser. Evaluation asured the median size using the laser diffraction particle-size-distribution measuring device "SALD-2000A" by madzu Corp., and evaluated by the size.

39] the contents zinc oxide of example 1 sample "the Hakusui Chemical Industries make -- ZincoxSuper#10 specific-surface-area 10m<sup>2</sup>/g]"

stilled water hexametaphosphoric-acid sodium (dispersant): 0.2% (as opposed to a zinc oxide)

c-oxide concentration: 30%, 40%, 50%, 60% [0040] Experimental result [Table 1]

■	実験条件	酸化亜鉛濃度			
		3 0 %	4 0 %	5 0 %	6 0 %
物理	—	4.12 μ m	4.28 μ m	5.15 μ m	6.38 μ m
説明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3hr	0.10 μ m	0.11 μ m	0.10 μ m	0.11 μ m
-33]	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3hr	0.21 μ m	0.20 μ m	0.35 μ m	0.50 μ m
イントショーカー]	30 分振盪	0.54 μ m	0.56 μ m	0.59 μ m	0.89 μ m
シナ付-]	15000rpm15 分	0.85 μ m	1.52 μ m	2.10 μ m	2.15 μ m

41] the contents zinc oxide of example 2 sample "the Hakusui Chemical Industries make -- ZincoxSuper#30 specific-surface-area 30m<sup>2</sup>/g]"

stilled water "DEMORU EP" (special polycarboxylic-acid mold macromolecule activator: Kao Corp. make) 1.0% (as opposed to a zinc oxide)

c-oxide concentration: 30%, 40%, 50%, 60% [0042] Experimental result [Table 2]

■	実験条件	酸化亜鉛濃度			
		3 0 %	4 0 %	5 0 %	6 0 %
物理	—	3.20 μ m	3.48 μ m	5.48 μ m	8.47 μ m
説明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3hr	0.09 μ m	0.08 μ m	0.09 μ m	0.09 μ m
-33]	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3hr	0.69 μ m	0.73 μ m	1.26 μ m	1.49 μ m
イントショーカー]	30 分振盪	2.16 μ m	2.54 μ m	2.89 μ m	3.12 μ m
シナ付-]	15000rpm15 分	2.74 μ m	3.15 μ m	3.45 μ m	6.55 μ m

43] the contents titanium oxide of example 3 sample "the Ishihara Sangyo Kaisha, Ltd. make -- TTO-55A [specific-face-area 40m<sup>2</sup>/g]"

tilled water "the poly tee A550" (special polycarboxylic-acid mold giant-molecule activator: LION make) 1.0% (as opposed to titanium oxide)

tium-oxide concentration: 30%, 40%, 50%, 60% [0044] Experimental result [Table 3]

t	実験条件	酸化チタン濃度			
		30%	40%	50%	60%
物理	—	5.68 $\mu$ m	6.02 $\mu$ m	6.38 $\mu$ m	7.09 $\mu$ m
透明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>°</sup> ス	0.10 $\mu$ m	0.08 $\mu$ m	0.09 $\mu$ m	0.08 $\mu$ m
-33J	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>°</sup> ス	0.72 $\mu$ m	0.84 $\mu$ m	1.53 $\mu$ m	1.68 $\mu$ m
イントシーカーJ	30分振盪	2.36 $\mu$ m	2.87 $\mu$ m	3.12 $\mu$ m	3.28 $\mu$ m
ノーナイターJ	15000rpm 15分	2.89 $\mu$ m	3.51 $\mu$ m	3.87 $\mu$ m	3.98 $\mu$ m

45] the contents zinc oxide of example 4 sample, and titanium oxide mixture concentration 40% zinc oxide "the Hokusui Chemical Industries make -- ZincoxSuper#30 [specific-surface-area 30m<sup>2</sup>/g]" rate of titanium oxide "Ishihara Gyo Kaisha, Ltd. make -- TTO-55A [specific-surface-area 40m<sup>2</sup>/g]" compounding ratio: -- 7/[ a zinc oxide / titanium oxide =3/7 5/5, and ] 3 distilled water "DEMORU EP" (special polycarboxylic-acid mold macromolecule activator: Kao Corp. make) 1.0% (as opposed to mixture)

46] Experimental result [Table 4]

t	実験条件	ZnO/TiO <sub>2</sub> 配合比率		
		3/7	5/5	7/3
物理	—	5.41 $\mu$ m	5.26 $\mu$ m	6.05 $\mu$ m
透明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>°</sup> ス	0.08 $\mu$ m	0.09 $\mu$ m	0.08 $\mu$ m
-33J	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>°</sup> ス	0.78 $\mu$ m	0.82 $\mu$ m	1.65 $\mu$ m
イントシーカーJ	30分振盪	2.45 $\mu$ m	2.95 $\mu$ m	3.15 $\mu$ m
ノーナイターJ	15000rpm 15分	2.89 $\mu$ m	3.25 $\mu$ m	3.38 $\mu$ m

47] an example 5 conductivity zinc oxide "the Hakusui Chemical Industries make -- 23-K [specific-surface-area 2/g]" distilled water "DEMORU EP" (special polycarboxylic-acid mold macromolecule activator: Kao Corp. make) 1.0% (as opposed to a zinc oxide)

inductive zinc-oxide concentration: 40% [0048] Experimental result [Table 5]

t	実験条件	濃度	
		40%	
物理	—	3.30 $\mu$ m	
透明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>°</sup> ス	0.21 $\mu$ m	
-33J	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>°</sup> ス	1.85 $\mu$ m	
イントシーカーJ	30分振盪	3.89 $\mu$ m	
ノーナイターJ	15000rpm 15分	4.08 $\mu$ m	

49] Example 6 active white (Hakusui Chemical Industries active white [specific-surface-area 50m<sup>2</sup>/g]) distilled water "DEMORU EP" (special polycarboxylic-acid mold macromolecule activator: Kao Corp. make) 1.0% (as opposed to an active white)

active-white concentration: 40% [0050] Experimental result [Table 6]

実験条件	濃度	
	40 %	7.18 $\mu$ m
理	—	7.18 $\mu$ m
明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3ベス	0.09 $\mu$ m
-33」	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3ベス	2.45 $\mu$ m
「トシューかー」	30 分振盪	4.58 $\mu$ m
「ナイフー」	15000rpm 15 分	6.89 $\mu$ m

51] Being able to obtain the aquosity particle dispersing element clear also from the above experimental result which nc oxide and/or titanium oxide high-distributed in the state of submicron one according to [ like ] this invention, this dispersing element was stability for a long period of time.

52] Effect of the Invention] The dispersing element which was distributing the aquosity particle dispersing element of the oxide obtained by this invention and/or titanium oxide to the particle diameter a primary particle or near the primary particle, and was stabilized few by sedimentation by aging is obtained. The obtained aquosity particle dispersing element is stability for a long period of time.

translation done.]

## NOTICES \*

Japanese Patent Office is not responsible for any  
inaccuracies caused by the use of this translation.

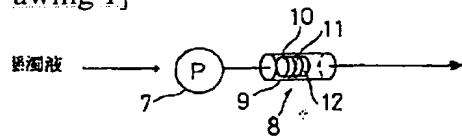
This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

\*\*\* shows the word which can not be translated.

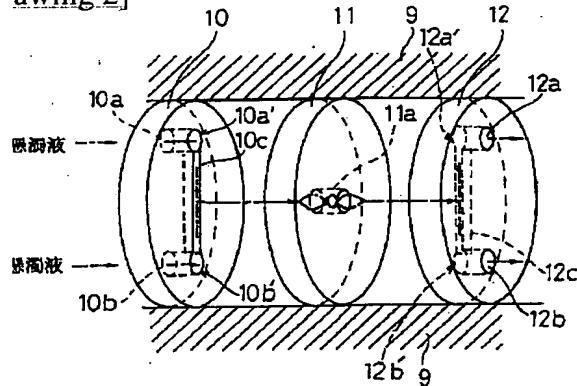
In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

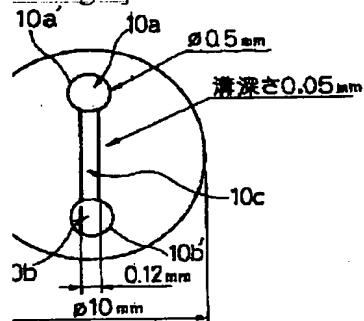
## Drawing 1]



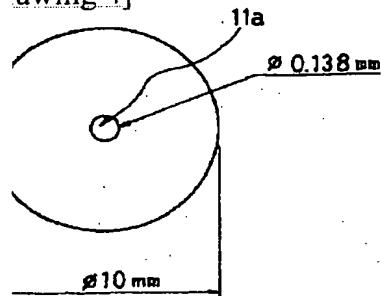
## Drawing 2]

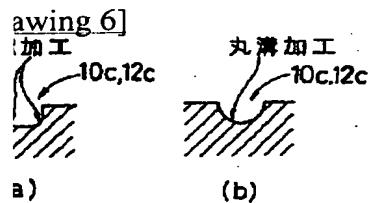
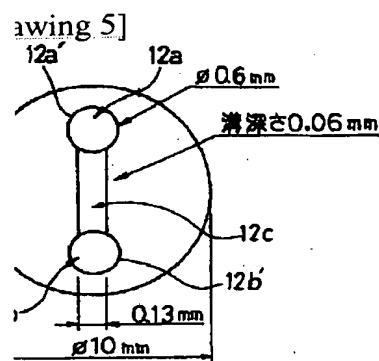


## Drawing 3]



## Drawing 4]





anslation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-299774

(43)公開日 平成9年(1997)11月25日

(51)Int.Cl. <sup>a</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 01 F	3/12		B 01 F 3/12	
	5/06		5/06	
B 01 J	13/00		B 01 J 13/00	B
C 01 G	9/02		C 01 G 9/02	Z
	23/04		23/04	B

審査請求 未請求 請求項の数4 書面 (全8頁)

(21)出願番号	特願平8-155936
(22)出願日	平成8年(1996)5月13日

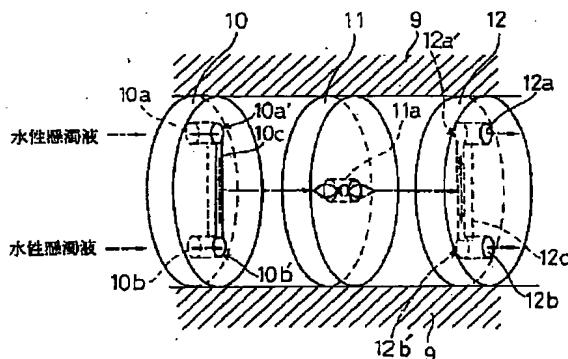
(71)出願人 596011884  
株式会社ジーナス  
東京都板橋区小豆沢1-7-14  
(72)発明者 長谷川 一利  
東京都世田谷区鎌田3-10-6  
(72)発明者 戸田 徳  
大阪府和泉市肥子町2-5-54-306

(54)【発明の名称】 水性微粒子分散体の製法

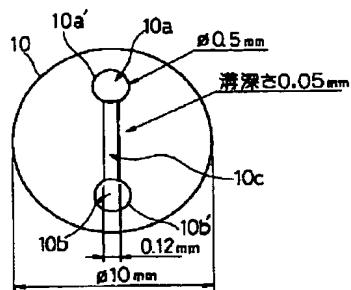
(57)【要約】

【課題】 酸化亜鉛および/または酸化チタンの粒子径が細かくかつ均一な水性微粒子分散体の製造方法を提供する。

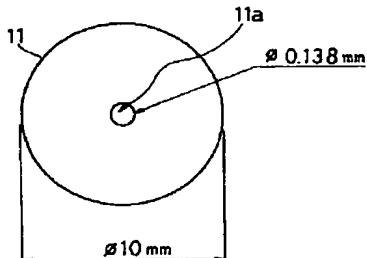
【解決手段】 酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性懸濁液を通過させることのできる貫通孔10a、10b、11a、12a、12bを形成したブロックを、少なくとも3個、貫通方向が懸濁液の流れ方向に沿うように実質的に密着して配設するとともに、貫通孔は懸濁液導入側ブロック10に少なくとも2本、中間ブロック11に1本、懸濁液排出側ブロック12に少なくとも2本それぞれ形成し、また、導入側ブロック10と中間ブロック11の対向面、および中間ブロック11と排出側ブロック12の対向面におけるいずれかのブロック表面には、懸濁液の流れ方向と直交する方向の溝状通路10c、12cを形成し、隣接する各ブロックの貫通孔を該溝状通路を介して連通させるよう構成された微粒化装置を用いることにより酸化亜鉛および/または酸化チタンの高分散体を得る。



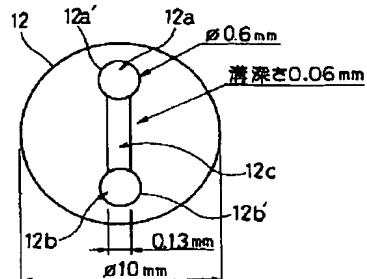
【図3】



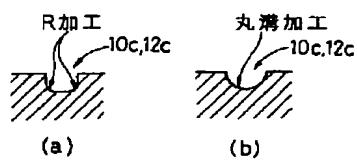
【図4】



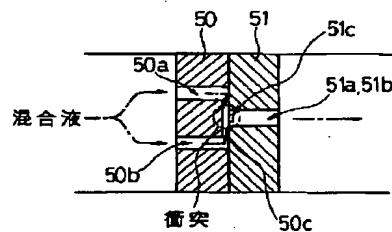
【図5】



【図6】



【図7】



## フロントページの続き

(72)発明者 長谷川 一利  
東京都板橋区小豆沢1-7-14 株式会社  
ジーナス内  
(72)発明者 古川 義博  
東京都板橋区小豆沢1-7-14 株式会社  
ジーナス内

(72)発明者 藤島 総光  
東京都板橋区小豆沢1-7-14 株式会社  
ジーナス内  
(72)発明者 安田 文夫  
東京都板橋区小豆沢1-7-14 株式会社  
ジーナス内

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 流体の流路に沿って貫通孔を有し、実質的に密着して配設された3個のブロックに酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性懸濁液を導入し高速で衝突させることにより酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性微粒子分散体を製造する方法であって、流体導入側ブロックの前記貫通孔から導入した前記水性懸濁液を対向流に変えて衝突させることにより酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性分散体とし、中間ブロックの前記貫通孔にて前記水性分散体の乱流を維持しつつその流れを前記流路方向に変え、排出側ブロックに前記中間ブロックを通過した前記水性分散体を衝突させることにより、酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性微粒子分散体とし、前記排出側ブロックで該水性微粒子分散体の流れを前記流路と直交する方向に変えて前記貫通孔から排出させることを特徴とする水性微粒子分散体の製法。

【請求項2】 酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性懸濁液濃度が15%超60%以下である請求項1記載の製法。

【請求項3】 分散剤として、メタリン酸塩および/またはポリカルボン酸型高分子活性剤を酸化亜鉛および/または酸化チタンに対して0.1~5.0%添加する請求項1または2記載の製法。

【請求項4】 前記水性微粒子分散体を製造するための微粒化装置として、流体を通過させることのできる貫通孔を形成したブロックを、少なくとも3個、貫通方向が前記流体の流れ方向に沿うように実質的に密着配設するとともに、前記貫通孔は流体導入側ブロックに少なくとも2本それぞれ形成し、また前記導入側ブロックと前記中間ブロックの対向面および、前記中間ブロックと前記排出側ブロックの対向面におけるいずれかのブロック表面には、前記流体の流れ方向と直交する方向の溝状通路を形成し、前記隣接する各ブロックの貫通孔を該溝状通路を介して連通させるように構成した微粒化装置を使用する請求項1ないし3のいずれかに記載の製法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性微粒子分散体の製造方法に関するものである。この水性微粒子分散体は医薬、化粧品、プラスチック、ゴム、塗料インク、繊維の分野で用いられ透明性もしくは半透明性の紫外線防止剤、脱臭、抗菌、防カビ、難燃、ラテックス用および透明ゴム用加硫促進剤、光導伝剤など酸化亜鉛、酸化チタンの利用されるあらゆる産業分野の各種原材料および前躯体として有用である。またこれらは酸化亜鉛および/または酸化チタンの他に更なる第三物質の添加、例えばパリスタ素子作成時の酸化亜鉛に酸化ヒスマス、酸化プラセオジムの添加等にも有用である。

## 【0002】

【従来の技術】従来は酸化亜鉛および/または酸化チタンの水相への分散体を得る場合は、ビーズミル、ボールミル、アトライタ、ペイントシェーカー、サンドミル等のメディア媒体型分散機、コロイドミル、ハイスピードディスパーサー等の攪拌型分散機、超音波分散機など各種分散機を用いられてきた。

【0003】また懸濁液を超高压で衝突させる微粒化装置として、複数の液体を互いに衝突させて乳化させる装置（米国特許第4533254号公報で開示された発明）や複数のノズルから同一個所に噴射衝突させて乳化をする装置（特開平2-261525号に記載されている乳化装置）が知られており、これらの微粒化装置を利用する分散方法も知られていた。

## 【0004】

【従来技術の問題点】攪拌型分散機を用いて、酸化亜鉛および/または酸化チタンの水相への分散体を得ようとする場合、これらの微粒子粉体は表面エネルギーが高く、強く凝集しており一次粒子径または一次粒子径近くの粒子径まで分散されていてかつ均一な粒子の分散体を製造することが困難であり、二次凝集体の分散を行うのであれば動力、時間さえ厭なればある程度までは可能であるが、二次凝集性が極端に著しい微粒子や焼結した粒子の破碎までは困難である。また分散剤とその選定によっては発泡してその泡の除去に困難さをきたす。

【0005】また高濃度の分散体を得ようとする場合、分散工程で増粘して得られる高濃度の分散体の収率が低く、目的とする分散体が得られないばかりでもなく経済的でもなかった。

【0006】メディア媒体型分散機を用いた場合では、エネルギーコストの問題を考えなければ、比較的一次粒子径近くの分散体は得られるもののメディア材質の混入および装置の連続化において難点がある。また長時間の運転により分散質の表面および結晶内部にまで垂みの発生するいわゆるメカノケミカル変化が発現し、分散質の特性、機能の変化が避けられなかった。

【0007】また従来の懸濁液に超高压で衝突させる微粒化装置、例えば米国特許第4533254号公報で開示された発明や特開平2-261525号に記載されている乳化装置を用いると、懸濁液が低濃度の場合比較的細かく分散した分散体を短時間で得ることができるが、懸濁液が高濃度の場合は分散に必要なエネルギーが高く、効率良く分散体が製造できなかった。またこれらの装置を用いて分散体を長期間製造する場合は、混合液が最大流速で衝突する溝状通路の磨耗が著しく、連続して使用すると分散性能の低下が避けられなかった。

【0008】特に微粒子の酸化亜鉛、酸化チタンの分散体を用い、透明性紫外線遮蔽効果、抗菌防臭効果を發揮させようとする場合、一次粒子または一次粒子近くまで分散されていてかつ均一な分散体が必要不可欠である

が、従来の分散機を用いると酸化亜鉛、酸化チタンの凝

集団が存在するので目的とする機能が十分に発揮できず、高濃度で一次粒子または一次粒子近くまで分散されていてかつ均一な分散体が必要とされていた。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明は水系の酸化亜鉛および/または酸化チタンの分散体の製造方法において、一次粒子径または一次粒子径近くの粒子径まで分散されていてかつ均一な微粒子分散体を安定的に製造できる方法の提供を目的とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明の水性微粒子分散体の製法は、流体の流路に沿って貫通孔を有し、実質的に密着して配設された3個のブロックに酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性懸濁液を導入し高速で衝突させることにより酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性微粒子分散体を製造する方法であって、流体導入側ブロックの前記貫通孔から導入した前記水性懸濁液を対向流に変えて衝突させることにより酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性分散体とし、中間ブロックの前記貫通孔にて前記水性分散体の乱流を維持しつつその流れを前記流路方向に変え、排出側ブロックに前記中間ブロックを通過した前記水性分散体を衝突させることにより、酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性微粒子分散体とし、前記排出側ブロックで該水性微粒子分散体の流れを前記流路と直交する方向に変えて前記貫通孔から排出させるところにその特徴がある。

【0011】上記において、酸化亜鉛および/または酸化チタンの好ましい水性懸濁液(分散体)濃度は15%超60%以下、より実用的には30%ないし60%の範囲である。また特に高濃度の水性微粒子分散体を製造する場合は、分散剤としてメタリン酸塩および/またはポリカルボン酸型高分子活性剤を酸化亜鉛および/または酸化チタンに対して0.1~5.0%添加することが望ましい。

【0012】前記水性微粒子分散体を製造するための好ましい微粒化装置としては、流体を通過させることのできる貫通孔を形成したブロックを、少なくとも3個、貫通方向が前記流体の流れ方向に沿うように実質的に密着配設するとともに、前記貫通孔は流体導入側ブロックに少なくとも2本それぞれ形成し、また前記導入側ブロックと前記中間ブロックの対向面および、前記中間ブロックと前記排出側ブロックの対向面におけるいずれかのブロック表面には、前記流体の流れ方向と直交する方向の溝状通路を形成し、前記隣接する各ブロックの貫通孔を該溝状通路を介して連通させるように構成した微粒化装置があげられる。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明の製法は、酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性懸濁液から、酸化亜鉛および/または酸化チタンが一次粒子状態で微細均一に分散し

た水性微粒子分散体を製造する方法を提供するものである。

【0014】この発明で用いられる好ましい酸化亜鉛としては、一次粒子の比表面積が10~60m<sup>2</sup>/g(簡易BET法による測定値)のものが用いられる。また比表面積が10m<sup>2</sup>/g未満の酸化亜鉛を用いても均一な分散体は製造することは可能である。また好ましい酸化チタンとしては一次粒子の比表面積が20~90m<sup>2</sup>/g(簡易BET法による測定値)のものが用いられる。

10 また比表面積が20m<sup>2</sup>/g未満の酸化チタンを用いても均一な分散体は製造することができる。これらは単独で使用してもよくあるいは併用することも可能であり、併用する場合の混合比率は特に限定されない。

【0015】ここで用いられる酸化亜鉛は通常工業的に得られるアメリカ法およびフランス法による酸化亜鉛および湿式法により得られる炭酸亜鉛類、例えば透明性亜鉛華、活性亜鉛華、水酸化亜鉛等、および酸化亜鉛に他の機能性を付与したもの、例えばアルミニウム等の金属をドープした導電性酸化亜鉛等が用いられる。また酸化チタンにおいては通常工業的に塗料、インクなどに用いられる酸化チタンおよび酸化チタン表面にアンチモンをドープした酸化錫を付着させた導電性酸化チタン等も用いられる。

【0016】酸化亜鉛および/または酸化チタンの好ましい水性分散質濃度は15%超60%以下であるが、本発明の特徴がより一層発揮されるのは30%超60%以下であり、本発明の方法によればこのような高濃度の水性分散液であっても酸化亜鉛および/または酸化チタンが一次粒子径または一次粒子径近くの粒子径まで分散された均一な水性微粒子分散体を得ることができる。

【0017】なお高濃度の水性微粒子分散体を製造する場合は、分散剤を併用するのが好ましく、用いられる分散剤としては、無機物質としてはメタリン酸塩、有機物質としてはポリカルボン酸型高分子活性剤があげられる。これらの分散剤は使用する目的に応じて使い分ければ良いが、場合によってはこれらを混合して使用することもできる。

【0018】この発明に用いられる分散剤の好ましい濃度は、分散質に対し0.1%から5.0%の範囲内であり、0.1%未満では分散剤の効果がなく、5.0%を超えてそれ以上添加しても分散促進効果は得られず、場合によっては凝集作用を起こす場合もある。

【0019】ここで分散剤として用いられるメタリン酸塩としては、ヘキサメタリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、メタリン酸カリウム等があげられるが上記以外のメタリン酸塩を用いてもよい。

【0020】またここで分散剤として用いられるポリカルボン酸型の高分子活性剤としてはオレフィン-マレイイン酸塩共重合体およびアクリル酸-アクリル酸エステル系ポリカルボン酸ポリマーおよびアクリル酸-アクリル

酸エステル系多元ポリマーなど要するに分子中にカルボキシル基もしくはその塩を有する高分子活性剤であって、その具体例としては「デモールEP」、「ポイズ520」、「ポイズ521」、「ポイズ530」、「ホモゲノールL-18」、「ホモゲノールL-1820」、「ホモゲノールL-95」、「ホモゲノールL-95」、「ホモゲノールL-100」（以上花王製）；「ポリティA-300」、「ポリティA-530」、「ポリティA-550」（以上ライオン製）；「シャロールAN-103P」、「シャロールAN-403P」、「シャロールAN-144P」、「シャロールAH-103P」、「シャロールAH-403P」、「シャロールAH-144P」、「ディスコートN-14」（以上第一工業製薬製）；「DisrolH12」（以上日本乳化剤製）；「キャリボンB」、「キャリボンL-400」、「エレミノールMBN-1」、「サンスパールPS-2」、「サンスパールPS-8」、「サンスパールPDN-173」、「サンスパールPC-3」（以上三洋化成製）；「トーホーCT」、「ネオスコープSCT-30」、「トーホーNo2A」、「ディプロジンA-100」、「ディプロジンK-25」、「ディプロジンN-20」（以上東邦化学工業製）などの市販品があげられる。

【0021】次に、本発明で使用される好ましい微粒化装置について説明する。本発明で用いられる微粒化装置は、流体を通過させることのできる貫通孔を形成したプロックを、少なくとも3個、貫通方向が流れ方向に沿うように実質的に密着配設するとともに、貫通孔は流体導入側プロックに少なくとも2本、中間プロックに1本、流体排出側プロックに少なくとも2本それぞれ形成し、また、導入側プロックと中間プロックの対向面、および中間プロックと排出側プロックの対向面におけるいずれかのプロック表面には、流体の流れ方向と直交する方向の溝状通路を形成し、隣接する各プロックの貫通孔を該溝状通路を介して連通させるように構成したものである。

【0022】上記の微粒化装置において、導入側プロックと中間プロックの対向面のいずれかに形成される溝状通路の断面積をA<sub>1</sub>、中間プロックの貫通孔の断面積をA<sub>2</sub>、中間プロックと排出側プロックの対向面のいずれかに形成される溝状通路の断面積をA<sub>3</sub>とするととき、各断面積の関係がA<sub>1</sub> < A<sub>2</sub> < A<sub>3</sub>であることが好ましく、溝状通路の断面形状は、丸溝またはU字溝で構成することが望ましい。

【0023】また、上記各プロックは、セラミックス、超硬合金、ダイヤモンド等の耐磨耗性部材から構成することができる。また、流体を超高速で衝突させるには、この微粒化装置に導入する酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性懸濁液（以下、単に懸濁液という）を例えれば高圧ポンプを用いて100～3000kgf/cm<sup>2</sup>

に加圧することが好ましい。

【0024】また、上記導入側および排出側プロックにおける貫通孔は、プロックに少なくとも2個形成されればよいが、それ以上であってもよい。なお、貫通孔を同心円上に2個形成する場合は、プロックの中心から放射状に延びる溝状通路で連通させることが好ましい。

【0025】この微粒化装置は、高分散させる懸濁液の流路に沿って貫通孔を有し実質的に密着配設された3個のプロックに懸濁液を導入し、高速で衝突させることにより高分散化を行う微粒化装置であって、懸濁液導入側プロックの貫通孔から導入した懸濁液を対向流に変えて衝突させ、中間プロックの貫通孔にてその衝突した液状懸濁液の乱流を維持しつつその流れを流路方向に変え、排出側プロックにて中間プロックを通過した懸濁液の流れを流路と直交する方向に変えて貫通孔から排出する微粒化装置である。

【0026】この微粒化装置を用いることにより、導入側プロックと中間プロックの対向面のいずれかに形成された溝状通路内に案内された懸濁液は、加速されるとともに対向流となって衝突し、圧力変化、衝撃波等が複合された状態にて微粒子化が行われ、速やかに中間プロックの貫通孔に案内されるとともにその分散作用は維持され、さらに中間プロックと排出側プロックの対向面のいずれかに形成された溝状通路に衝突してその流れが流路と直交する方向に変えられることによって再度微粒子化が行われ、水性微粒子分散体が得られる。

【0027】以下、図面に示した微粒化装置を詳細に説明する。図1は、本発明で使用される微粒化装置、およびその周辺設備を含む微粒化システムの概略構成を示したものであり、その構成は、水性懸濁液を高圧ポンプを用いて微粒化装置に圧送し、その微粒化装置内で懸濁液状の酸化亜鉛および/または酸化チタンの分散または微粉碎を行なうようになっている。以下、各部の構成について説明する。

【0028】同図において、水性懸濁液は高圧ポンプ7の吸入口に供給されるようになっている。高圧ポンプ7で1000～3000kgf/cm<sup>2</sup>に加圧して超高速流を形成した後、微粒化装置8に導入するようになっている。

【0029】微粒化装置8は、図2に示すように、水性懸濁液導入側プロックとしての円盤状のディスク10、中間プロックとしての円盤状のディスク11、および懸濁液排出側プロックとしての円盤状のディスク12を、流路に沿って直列に、かつ上記記載順にそれぞれ円筒状容器9内に密着させて配置したものである。また、以下の説明では、各ディスクにおける上流側の面を表面、下流側の面を裏面と呼ぶ。

【0030】上記ディスク10は図3に示すように直径10mm、厚さ3mmからなるセラミックス、超硬合金、ダイヤモンド等の耐磨耗部材から構成されている。

このディスク10には、同心円上の2箇所に直径0.5 mmの導入貫通孔10a、10bが形成されている。このディスク10裏面における導入貫通孔の出口部10a'および10b'は、ディスク10の中心を通る幅0.12 mm、深さ0.05 mmからなる溝状導入通路10cによって連通されている(図2参照)。

【0031】このような構成のディスク10の溝状導入通路10c覆うようにして、ディスク11が密着配置されている。それにより、各導入貫通孔10a、10bを通して通過した懸濁液はディスク11の表面と衝突して強制的にその流れがディスク10の中心に向けて変えられるとともに加速され、対向流が発生する。

【0032】ディスク11は上記ディスク10と、同径、同じ厚さ、同じ材質からなり、図4に示すように、その中心部分に直径0.138 mmからなる中間貫通孔11aが形成されている。

【0033】ディスク12は上記ディスク10と、同径、同じ厚さ、同じ材質からなり、図5に示すように、同心円上の2箇所に直径0.6 mmの排出貫通孔12a、12bが形成されている。ディスク12表面の排出貫通区の入口部12a'および12b'は、ディスク12の中心を通る幅0.13 mm、深さ0.06 mmからなる溝状送出通路12cによって連通されている。なお、上記溝上導入通路10cの断面積をA<sub>1</sub>とし、中間貫通孔11aの断面積をA<sub>2</sub>とし、溝状送出通路12cの断面積をA<sub>3</sub>とするとき、A<sub>3</sub> < A<sub>2</sub> < A<sub>1</sub>となっている。なお溝状導入(送出)通路10c(12c)は、たとえば図6(a)、(b)にしめす如くR加工もしくは丸溝加工を施し、高速流体の導入(送出)による磨耗を可及的に抑えることのできる形状にしておくのがよい。

【0034】従って、各ディスクを通過する水性懸濁液は、ディスクを通過する毎に圧力差を受けながら衝突し、微粒化が行われることになる。またディスク11に形成されている中間貫通孔11aの径を調整すれば、ディスク10における溝状導入通路10c内を流れる流速を所望の値に設定することができる。

【0035】次に、上記構成を有する微粒化装置を用いた本発明の動作について説明する。高圧ポンプ7によって加圧され超高速懸濁液とされた水性懸濁液が微粒化装置8に導入されると、まず、円筒上容器9内にて流れAと流れBに分岐され、導入貫通孔10aと10bを通過し、ディスク11表面と衝突した後、ディスク10の中心に向けて強制的に方向が変えられるとともに加速され、溝状導入通路10c内を流れて対向流となる。

【0036】対向流によって衝突した水性懸濁液は、ついでディスク11の中間貫通孔11aに案内されることによって、衝突エネルギーが一部開放され、ディスク10の溝状導入通路中心部分にて発生する磨耗を軽減させる。このとき、衝突によって生じた乱流はその状態が維持される。

【0037】この中間貫通孔11aを通過した水性懸濁液は、さらに、ディスク12の表面と衝突しつつそのディスク12の外周に向けて流れがえらばれて再度微粒化が行われ各排出貫通孔12a、12bを通過して排出される。

【0038】

【実施例】下記の実験では、下記構成の微粒化装置を使用し下記の条件で実験を行った。微粒化装置の具体的構成

導入側ブロックの形状：直径10 mm×厚さ3 mm

中間側ブロックの形状：直径10 mm×厚さ3 mm

排出側ブロックの形状：直径10 mm×厚さ3 mm

導入側ブロックの溝径：0.12 mm、深さ0.05 mmの丸溝

中間側ブロックの孔径：0.138 mm

排出側ブロックの溝径：0.13 mm、深さ0.06 mmの丸溝

操作条件

高圧ポンプを用い、1000～3000 kgf/cm<sup>2</sup>の圧力で圧送

なお比較のため、従来の懸濁液に超高压で衝突させる微粒化装置としてノノマイザー社製装置「LA-33」、メディア型分散機として「ペイントシェーカー」(東洋精機(株)製)、攪拌型分散機として「ホモジナイザーAM-7」(日本精機(株)製)を用いて同様の実験を行った。評価は、島津製作所(株)製レーザー回折粒度分布測定装置「SALD-2000A」を用いてメジアン径を測定し、その大小で評価を行った。

【0039】実施例1

試料内容

酸化亜鉛(白水化学工業(株)製「Zinc Oxide #10」[比表面積10 m<sup>2</sup>/g])

蒸留水

40 ヘキサメタリン酸ナトリウム(分散剤)：0.2% (酸化亜鉛に対して)

酸化亜鉛濃度：30%、40%、50%、60%

【0040】実験結果

【表1】

装置	実験条件	酸化亜鉛濃度			
		30%	40%	50%	60%
未処理	—	4.12 $\mu\text{m}$	4.28 $\mu\text{m}$	5.15 $\mu\text{m}$	6.38 $\mu\text{m}$
本発明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.10 $\mu\text{m}$	0.11 $\mu\text{m}$	0.10 $\mu\text{m}$	0.11 $\mu\text{m}$
「LA-33」	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.21 $\mu\text{m}$	0.20 $\mu\text{m}$	0.35 $\mu\text{m}$	0.50 $\mu\text{m}$
「ペイントシェーカー」	30分振盪	0.54 $\mu\text{m}$	0.56 $\mu\text{m}$	0.59 $\mu\text{m}$	0.89 $\mu\text{m}$
「ホモジナイサー」	15000rpm15分	0.86 $\mu\text{m}$	1.52 $\mu\text{m}$	2.10 $\mu\text{m}$	2.16 $\mu\text{m}$

## 【0041】実施例2

## 試料内容

酸化亜鉛（白水化学工業（株）製「Zinc Ox Sup er #30」〔比表面積30m<sup>2</sup>/g〕）

蒸留水

10\*「デモールEP」（特殊ポリカルボン酸型高分子活性剤：花王（株）製）1.0%（酸化亜鉛に対して）

酸化亜鉛濃度：30%、40%、50%、60%

## 【0042】実験結果

\* [表2]

装置	実験条件	酸化亜鉛濃度			
		30%	40%	50%	60%
未処理	—	3.20 $\mu\text{m}$	3.48 $\mu\text{m}$	5.48 $\mu\text{m}$	8.47 $\mu\text{m}$
本発明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.09 $\mu\text{m}$	0.08 $\mu\text{m}$	0.09 $\mu\text{m}$	0.09 $\mu\text{m}$
「LA-33」	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.69 $\mu\text{m}$	0.73 $\mu\text{m}$	1.26 $\mu\text{m}$	1.49 $\mu\text{m}$
「ペイントシェーカー」	30分振盪	2.16 $\mu\text{m}$	2.54 $\mu\text{m}$	2.89 $\mu\text{m}$	3.12 $\mu\text{m}$
「ホモジナイサー」	15000rpm15分	2.74 $\mu\text{m}$	3.15 $\mu\text{m}$	3.45 $\mu\text{m}$	6.55 $\mu\text{m}$

## 【0043】実施例3

## 試料内容

酸化チタン（石原産業（株）製「TTO-55A」〔比表面積40m<sup>2</sup>/g〕）

蒸留水

「ポリティA550」（特殊ポリカルボン酸型高分子活性剤：ライオン（株）製）1.0%（酸化チタンに対して）

※性剤：ライオン（株）製 1.0%（酸化チタンに対して）

酸化チタン濃度：30%、40%、50%、60%

## 【0044】実験結果

【表3】

装置	実験条件	酸化チタン濃度			
		30%	40%	50%	60%
未処理	—	5.68 $\mu\text{m}$	6.02 $\mu\text{m}$	6.38 $\mu\text{m}$	7.09 $\mu\text{m}$
本発明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.10 $\mu\text{m}$	0.08 $\mu\text{m}$	0.09 $\mu\text{m}$	0.08 $\mu\text{m}$
「LA-33」	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.72 $\mu\text{m}$	0.84 $\mu\text{m}$	1.53 $\mu\text{m}$	1.68 $\mu\text{m}$
「ペイントシェーカー」	30分振盪	2.38 $\mu\text{m}$	2.87 $\mu\text{m}$	3.12 $\mu\text{m}$	3.28 $\mu\text{m}$
「ホモジナイサー」	15000rpm15分	2.89 $\mu\text{m}$	3.51 $\mu\text{m}$	3.87 $\mu\text{m}$	3.98 $\mu\text{m}$

## 【0045】実施例4

40 7、5/5、7/3

## 試料内容

酸化亜鉛、酸化チタン混合物濃度 40%

酸化亜鉛（白水化学工業（株）製「Zinc Ox Sup er #30」〔比表面積30m<sup>2</sup>/g〕）酸化チタン（石原産業（株）製「TTO-55A」〔比表面積40m<sup>2</sup>/g〕）

配合比率：酸化亜鉛/酸化チタン=3/

「デモールEP」（特殊ポリカルボン酸型高分子活性剤：花王（株）製）1.0%（混合物に対して）

## 【0046】実験結果

【表4】

装置	実験条件	ZnO/TiO <sub>2</sub> 配合比率		
		3/7	5/5	7/3
未処理	—	5.41 μm	5.26 μm	6.05 μm
本発明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.08 μm	0.09 μm	0.08 μm
「LA-33」	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.78 μm	0.82 μm	1.65 μm
「ペイントシェーカー」	30分振盪	2.45 μm	2.95 μm	3.15 μm
「ホモジナイザー」	15000rpm 15分	2.89 μm	3.25 μm	3.38 μm

## 【0047】実施例5

導電性酸化亜鉛（白水化学工業（株）製「23-K」

[比表面積2m<sup>2</sup>/g])

蒸留水

「デモールEP」（特殊ポリカルボン酸型高分子活性剤：花王（株）製）1.0%（酸化亜鉛に対して）

導電性酸化亜鉛濃度：40%

## 【0048】実験結果

【表5】

装置	実験条件	濃度
		40%
未処理	—	3.30 μm
本発明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.21 μm
「LA-33」	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	1.85 μm
「ペイントシェーカー」	30分振盪	3.89 μm
「ホモジナイザー」	15000rpm 15分	4.08 μm

## 【0049】実施例6

活性亜鉛華（白水化学工業（株）製活性亜鉛華 [比表面積50m<sup>2</sup>/g])

蒸留水

「デモールEP」（特殊ポリカルボン酸型高分子活性剤：花王（株）製）1.0%（活性亜鉛華に対して）

活性亜鉛華濃度：40%

## 【0050】実験結果

【表6】

装置	実験条件	濃度
		40%
未処理	—	7.18 μm
本発明	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	0.09 μm
「LA-33」	1000kgf/cm <sup>2</sup> 3 <sup>rd</sup> ス	2.45 μm
「ペイントシェーカー」	30分振盪	4.58 μm
「ホモジナイザー」	15000rpm 15分	6.89 μm

【0051】以上の実験結果からも明らかである様に本発明によれば酸化亜鉛および/または酸化チタンがサブミクロン状態で高分散した水性微粒子分散体を得ることができ、この分散体は長期間安定であった。

## 【0052】

【発明の効果】本発明で得られる酸化亜鉛および/または酸化チタンの水性微粒子分散体は、一次粒子もしくは一次粒子近くの粒子径まで分散しており、また経時変化による沈降も少なく安定した分散体が得られる。得られた水性微粒子分散体は長期間安定である。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に用いる微粒化装置の全体概念図である。

【図2】図1に示す微粒化装置の構成を示す断面図である。

【図3】本発明に用いる微粒化装置の第1のディスクの形状を示す説明図である。

【図4】本発明に用いる微粒化装置の第2のディスクの形状を示す説明図である。

【図5】本発明に用いる微粒化装置の第3のディスクの形状を示す説明図である。

【図6】本発明に用いる微粒化装置の溝状導入通路または溝状送出通路の形状を示す断面図である。

## 【符号の説明】

7 高圧ポンプ

8 微粒化装置

9 円筒部

10 第1のディスク

10a, 10b 導入貫通孔

40 10c 溝状導入通路

11 第2のディスク

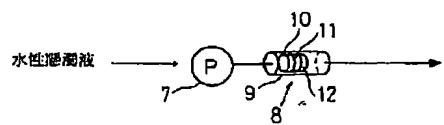
11a 中間貫通孔

12 第3のディスク

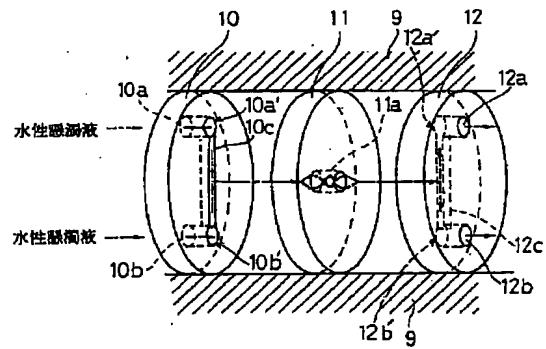
12a, 12b 排出貫通孔

12c 溝状送出通路

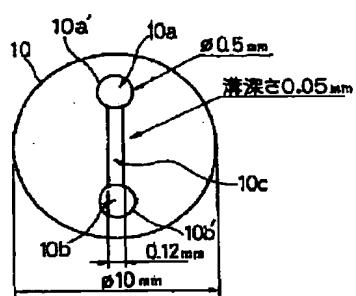
【図1】



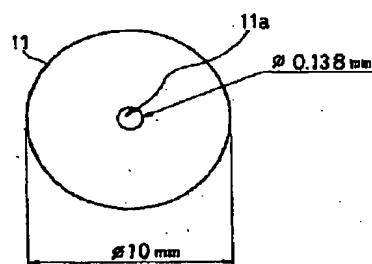
【図2】



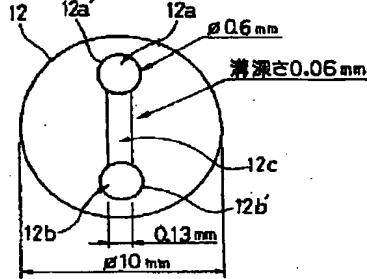
【図3】



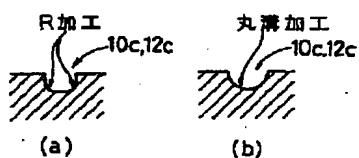
【図4】



【図5】



【図6】



(57)要約

導電性粉末を1次粒子または1次粒子近傍にまで解碎し、かつ分散させた、電子部品の電極形成に適した導電性塗料のような導電性組成物を提供する。

導電性粉末を含むスラリーを、加圧した状態とし、複数の分岐流路17, 18に分岐した後、衝突室19において再び合流させるか、衝突壁に衝突させるか、あるいは細管中を高速で流動させせん断作用を与えることによって、スラリーに含まれる導電性粉末に対して高圧分散作用を及ぼし、これによって、導電性粉末を1次粒子または1次粒子近傍にまで解碎しかつ良好に分散させる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦	DM ドミニカ	KZ カザフスタン	RU ロシア
AL アルバニア	EE エストニア	LC セントルシア	SD スーダン
AM アルメニア	ES スペイン	LI セリヒテンシエタイ	SE スウェーデン
AT オーストリア	FI フィンランド	LK スリランカ	SG シンガポール
AU オーストラリア	FR フランス	LR リベリア	SI スロヴェニア
AZ アゼルバイジャン	GA ガボン	LS レソト	SK スロヴァキア
BA ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB 英国	LT リトアニア	SL シエラ・レオネ
BB バルバドス	GDE グレナダ	LU ルクセンブルグ	SN セネガル
BR ベルギー	GGE グルジア	LV ラトヴィア	SZ スワジラント
BP ブルガリア・ファソ	GH ガーナ	MA モロッコ	TD チャード
BG ブルガリア	GM ガンビア	MC モナコ	TG トーゴー
BJ ベナン	GN ギニア	MD モルドバ	TJ タジキスタン
BR ブラジル	GW ギニア・ビサオ	MG マダガスカル	TZ タンザニア
BY ベラルーシ	GR ギリシャ	MK マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TM トルクメニスタン
CA カナダ	HR クロアチア	共和国	TR トルコ
CF 中央アフリカ	HU ハンガリー	ML マリ	TT トリニダット・トバゴ
CG コンゴー	ID インドネシア	MN モンゴル	UA ウクライナ
CH スイス	IE アイルランド	MR モリタニア	UG ウガンダ
CI コートジボアール	IL イスラエル	MW モラウイ	US 索米
CM カメルーン	IN インド	MX メキシコ	UZ ウズベキスタン
CN 中国	IS アイスランド	NE ニジニノヴゴロド	VN ヴィエトナム
CR コスタ・リカ	IT イタリア	NL オランダ	YU ユーゴースラビア
CU キューバ	JP 日本	NO ノルウェー	ZA 南アフリカ共和国
CY キプロス	KE ケニア	NZ ニュージーランド	ZW ジンバブエ
CZ チェコ	KG キルギスタン	PL ポーランド	
DE ドイツ	KP 北朝鮮	PT ポルトガル	
DK デンマーク	KR 韓国	RO ルーマニア	